```
JP 2002287528 A WPI. txt
L11 ANSWER 1 OF 1 WPIDS COPYRIGHT 2003 THOMSON DERWENT on STN
        2003-260227 [26]
                                      WPIDS
DNN N2003-206301
                                      DNC C2003-068360
        Semiconductive belt in electrophotographic copier, sets roughness to
        specific value.
A32 A89 P84 S06
        (NITL) NITTO DENKO CORP
PA
CYC 1
PI JP 2002287528 A 20021003 (200326) *
ADT JP 2002287528 A JP 2001-89993 20010327
PRAI JP 2001-89993 20010327
                                                                                     G03G015-16
                                                                                                              <--
                                                                           8p
       JP 2001-88993 2001052.
ICM .G03G015-16
ICS B29C041-10; B29C041-42; C08J005-18; C08K003-04; C08L079-08; G03G015-20; G03G015-24
B29K079:00, B29K103:04, B29L029:00
JP2002287528 A UPAB: 20030428
MOVELTY - A semiconductive belt comprises polyimide resin contain
ICI
        NOVELTY. - A semiconductive belt comprises polyimide resin containing
        carbon black.
                DETAILED DESCRIPTION - An INDEPENDENT CLAIM is included for
        semiconductive belt manufacturing method.
        USE - In electrophotographic copier, printer and facsimile.

ADVANTAGE - Improves mechanical characteristic of the belt. Reduces resistance reduction during electric load or warp. Reduces friction drag
        of the semiconductive belt.
        Dwg. 0/0
CPI EPI GMPI
        CPI: A05-J01B; A12-H01; A12-L05C1
EPI: S06-A19
```

## (19) 日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出顧公開番号 特開2002-287528 (P2002-287528A)

. (43)公開日 平成14年10月3日(2002.10.3)

(51) Int.Cl.'	識別記号	FI	テーマコード(参考)
G03G 15/16		G 0 3 G 15/16	2H033
	101	1	01 2H078
B 2 9 C 41/10	•	B 2 9 C 41/10	2 H 2 O O
41/42		41/42	4F071
COSJ 5/18	CFG	C 0 8 J 5/18 C	FG 4F202
	審査請求	未請求 請求項の数 6 OL (全	8 頁) 最終頁に続く
(21)出願番号	特願2001-89993(P2001-89993)	(71) 出願人 000003964	
	•	日東電工株式会社	
(22)出顧日	平成13年3月27日(2001.3.27)	大阪府茨木市下穂	積1丁目1番2号
		(72)発明者 石崎 哲	
		大阪府茨木市下穂	積1丁目1番2号 日東
		電工株式会社内	
		(72)発明者 富田 俊彦	
		大阪府茨木市下穂	積1丁目1番2号 日東
		電工株式会社内	
		(74)代理人 100092266	
		弁理士 鈴木 崇	生 (外4名)
			・・最終頁に続く

# (54) 【発明の名称】 半導電性ベルトおよびその製造方法

## (57)【要約】

【課題】 画像形成装置に用いても高い機械特性を有する上に抵抗の面内バラツキが小さく、電気的な負荷や経時による抵抗低下が小さく、形状精度が良好で表面摩擦抵抗の小さい半導電性ベルト及びその製造方法を提供すること。

【解決手段】 カーボンブラックを含有するボリイミド 系樹脂からなり、ベルト外周面の表面粗さRaは0.5 μm以下、表面動摩擦係数は0.8以下である半導電性 ベルト並びに表面粗さRaが1.0μm以下である円筒 状金型の内面にカーボンブラックを均一に分散したボリアミド酸溶液を供給し、前記円筒状金型をその軸方向に回転することにより膜を成形する工程、前記金型を加熱し、溶媒を除去してそれ自身支持できるまで硬化させた膜を剥離する工程及び剥離した膜を表面粗さRaが0.2~3.0μmである金属製シリンダの外面に差し替え、シリンダごと加熱し、イミド転化させる工程を含む半導電性ベルトの製造方法。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 カーボンブラックを含有するポリイミド 系樹脂からなる半導電性ベルトであって、ベルト外周面 のJIS B0601(1994)による表面粗さRa は0.5 $\mu$ m以下であり、表面動摩擦係数は0.8以下である半導電性ベルト。

【請求項2】 前記ポリイミド系樹脂中に含有されるカーボンブラックが実質的に0.5μm以上の粒子径を有する粒子を含まない請求項1に記載の半導電性ベルト。 【請求項3】 前記ベルトの外周面の表面抵抗率の常用

対数値が $9\sim13$  ( $1\circ g\Omega/\square$ ) であり、その最大値と最小値の差が1.0 ( $1\circ g\Omega/\square$ ) 以内である請求項1または2に記載の半導電性ベルト。

【請求項4】 前記カーボンブラックの含有量が前記ポリイミド系樹脂の固形分に対して5~30重量%である請求項1~3いずれかに記載の半導電性ベルト。

【請求項5】 前記カーボンブラックが、チャンネルブラックまたは酸化処理を行ったファーネスブラックである請求項1~4いずれかに記載の半導電性ベルト。

【請求項6】 表面粗さRaが1.0μm以下である円筒状金型の内面に、カーボンブラックを均一に分散したポリアミド酸溶液を供給し、前記円筒状金型をその軸方向に回転することにより膜を成形する工程、前記成形後の金型を加熱し、溶媒を除去してそれ自身支持できるまで硬化させた膜を剥離する工程、および剥離した膜を表面粗さRaが0.2~3.0μmである金属製シリンダの外面に差し替え、前記シリンダごと加熱し、イミド転化させる工程を含む半導電性ベルトの製造方法。

# 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、電子写真方式の複写機、プリンタ、ファクシミリおよびこれらの複合機等の画像形成装置に用いられる半導電性ベルトに関する。より詳しくは、上記画像形成装置の機能性ベルトとして、中間転写部、転写搬送部、転写定着部等に好適に用いられる半導電性ベルトに関する。

## [0002]

【従来の技術】従来よりカラー用電子写真方式の画像形成方式として、シームレス形状の半導電性ベルトを用いた中間転写方式が知られている。この方式は、中間転写体である半導電性ベルトの上に複数の色のトナー像を転写(一次転写)して中間転写体上にフルカラー画像を得た後、紙やプラスチックシートからなる被転写材上へ一括転写(二次転写)する方式である。中間転写方式は、ドラム上に被転写材を巻き付けて転写を行う転写ドラム方式に比べ、被転写剤を選ばないというメリットがある。近年、画像形成の高速化に鑑み、複数の現像器を中間転写体上に並べて設置したタンデム型転写方式が検討されている。この方式は、上記の中間転写方式に比べ、各色毎に中間転写体上に像形成を行う必要がなく、転写

ベルトを1回転させる間に像形成をすることができるものである。

【0003】このような半導電性ベルトを用いる転写方式を利用した画像形成装置においては、二次転写後の転写ベルト上にトナーが残存し、次の像形成を行う前に残存トナーを除去するためのクリーニング工程が必要であり、この工程にはクリーニングブレードを用いた方式が一般的に採用されている。上記クリーニングブレードを用いた転写方式においては、転写ベルトの表面性が画像欠陥やブレードめくれ等の問題を生じさせる。

【0004】特開2000-206798号公報には、 搬送転写体の画像担持面にフィラーによる突起を形成させることにより、クリーニングブレードのめくれや画像 欠陥の発生を押える搬送転写体および画像形成装置が提案されている。しかしながら、このような転写搬送体の 突起は抵抗値のバラツキの原因となり、特に添加する導電性微粉末であるカーボンブラックの粒子により突起を 形成する場合、この突起に過大な電流が集中するため転 写ベルトの抵抗の低下を引き起こす要因となりうる。

【0005】このような用途に用いられるベルトとし て、ゴム材料からなるベルトが知られている。しかしな がら、ゴム材料からなる半導電性ベルトは、導電性微粉 末の均一な混合が困難なために、バラツキの少ない抵抗 値の発現が難しい上に、表面が粗面となりやすく、かつ 摩擦抵抗値が高い。このため、ゴム材料からなる半導電 性ベルトを画像形成装置に用いると、ベルト上に残存し たトナーをクリーニングするブレードのめくれが発生し たり磨耗が進みやすくなるために、ベルトやブレードの メンテナンスや交換を頻繁に行う必要が生じたり、装置 寿命が短くなるという問題点があった。また、ゴム材料 からなる半導電性ベルトは、その弾性のため、特に従来 のベルトより口径の大きいタンデム式の転写搬送ベルト や中間転写ベルトに用いた場合に、伸縮が起こりやす く、色ズレ等の位置合わせ精度に問題があり、実用的で はなかった。

【0006】特許第2560727号や特開平5-77252号公報には、導電性物質を含有させた熱硬化性ボリイミド樹脂を用いたシームレスベルトが提案されている。しかしながら、これらには抵抗バラツキの改善や機械特性に関しては言及されているが、表面摩擦係数やベルトの形状精度に関しては何ら言及されていない。

【0007】一方、特開平7-156287号公報や特開2000-271946号公報には、シリンダ内周面から取り外された成形体を、棒体を挿入あるいは収縮により挿置する製造方法が開示されている。しかしながら、これらの例においては、ベルトの外周面の摩擦係数に関しては、言及されていない。

#### [0008]

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明の目的 は、実際に画像形成装置に用いても高い機械特性を有す る上に、抵抗の面内バラツキが小さく、電気的な負荷や 経時による抵抗低下が小さく、形状精度が良好で、表面 摩擦抵抗の小さい半導電性ベルト、およびその製造方法 を提供することにある。

#### [0009]

【課題を解決するための手段】上記目的は、下記の如き本発明により達成できる。すなわち、本発明の半導電性ベルトは、カーボンブラックを含有するポリイミド系樹脂からなる半導電性ベルトであって、ベルト外周面のJIS B0601(1994)による表面粗さRaは  $0.5\mu$ m以下であり、表面動摩擦係数は0.8以下であることを特徴とする。

【0010】前記ベルト外周面の表面粗さRaは、画像形成装置で転写ベルトとして用いた場合に画像欠陥やクリーニングブレードのめくれを抑制するという観点から0.5μm以下、好ましくは0.3μm以下、より好ましくは0.25μm以下である。

【0011】前記ベルト外周面の表面粗さRaは、JIS B0601(1994)に準じて、実施例に示す方法により測定した値である。

【0012】前記表面動摩擦係数は、クリーニングブレードとの摺擦性またはクリーニングブレードのめくれ抑制という観点から0.8以下であり、より好ましくは0.7以下である。

【0013】前記表面動摩擦係数は、実施例に示す方法により測定した値である。

【0014】本発明の半導電性ベルトに含まれるカーボンブラックとしては、市販品を好適に使用することができ、チャンネルブラック、ファーネスブラック等が挙げられる。ファーネスブラックについては、酸化処理を施したものを用いると溶媒への分散性が向上されるため、適宜酸化処理を行ったものが好ましく、カーボンブラックは、チャンネルブラックまたは酸化処理を行ったファーネスブラックであることが好ましい。

【OO15】本発明の半導電性ベルトは、前記ポリイミド系樹脂中に含有されるカーボンブラックが実質的に $O.5\mu$ m以上の粒子径を有する粒子を含まないことが好ましく、 $O.3\mu$ m以上の粒子径の粒子を含まないとさらに好ましい。ここでいうところの粒子径は、一次粒子が凝集した粒子径のことを指し、SEM(走査型電子顕微鏡)やTEM(透過型電子顕微鏡)により測定した値である。

【0016】また、本発明の半導電性ベルトは、画像形成装置で転写ベルトとして用いるものであるため、前記ベルトの外周面の表面抵抗率の常用対数値が $9\sim13$  ( $1\circ g\Omega/\square$ )であることが好ましく、より好ましくは $10\sim13$  ( $1\circ g\Omega/\square$ )である。

【0017】前記表面抵抗率の常用対数値の最大値と最小値の差は、画像欠陥を抑制するためには1.0(10 g $\Omega$ / $\square$ )以内であることが好ましく、より好ましくは

0.8(logΩ/□)以内である。

【0018】前記表面抵抗率は、実施例に示す方法にて 測定した値である。

【〇〇19】また、本発明の半導電性ベルトは、前記カーボンブラックの含有量が前記ポリイミド系樹脂の固形分に対して5~30重量%であることが好ましく、より好ましくは10~30重量%である。含有量が5%未満であると、半導電性ベルトとして所望の抵抗を得られにくく、抵抗の安定性を得ることが難しくなる。また、30重量%を越えると、ベルトの表面性に与える影響が大きくなり、ベルト自体も脆くなる傾向がある。

【0020】本発明の半導電性ベルトの製造方法は、前記本発明の半導電性ベルトの製造に好適に用いられる方法である。すなわち、当該製造方法は、表面粗さRaが1.0μm以下である円筒状金型の内面に、カーボンブラックを均一に分散したポリアミド酸溶液を供給し、前記円筒状金型をその軸方向に回転することにより膜を成形する工程、前記成形後の金型を加熱し、溶媒を除去してそれ自身支持できるまで硬化させた膜を剥離する工程、および剥離した膜を表面粗さRaが0.2~3.0μmである金属製シリンダの外面に差し替え、前記シリンダごと加熱し、イミド転化させる工程を含むことを特徴とする。

【0021】前記円筒状金型の表面粗さRaは、金型表面の凹凸がベルト外面または内面の表面性に影響を与えないためには1.0μm以下であり、好ましくは0.8μm以下であり、より好ましくは0.7μm以下である。

【0022】前記金属製シリンダの表面粗さRaは、加熱時に蒸発する残存溶媒や閉環水がシリンダとベルトの間にこもらず、かつシリンダ表面の凹凸がベルト内面又は外面の表面性に影響を与えないためには0.2~3.0μmであり、より好ましくは0.5~2.5μmである。

【0023】前記表面粗さRaは、実施例に示す方法により測定した値である。

【0024】[作用効果]本発明の半導電性ベルトは、表面粗さRaや表面動摩擦係数が所定の範囲内にあるため、形状精度が良好で表面摩擦抵抗が小さく、画像形成装置における転写ベルト等として好適に用いることができる。

【0025】また、本発明の半導電性ベルトは、カーボンブラックの凝集が少なく、ベルト外周面の表面抵抗率が所定範囲内にあるため、カーボンブラックの分散が均一であって、抵抗の面内バラツキが小さく、抵抗値電気的な負荷や経時による抵抗低下が小さく、画像形成装置における転写ベルト等として好適に用いることができる。

【0026】また、本発明の半導電性ベルトの製造方法 によると、画像形成装置における転写ベルト等として好 適な半導電性ベルトを製造することができる。 【0027】

【発明の実施の形態】本発明の半導電性ベルトは、少なくとも表面層に導電性微粉末としてカーボンブラックを均一に分散させたポリイミド樹脂層を有する半導電性ベルトであり、単層であっても2層以上の複数層を有していてもよい。カーボンブラックとしては、ポリイミド樹脂中に含有されている状態において、実質的に0.5μm以上の粒子径を有する粒子を含まないものであり、0.3μm以上の粒子径の粒子を含まないとさらに好ましい。

【0028】一般的にカーボンブラックの一次粒子径は 10 n m~1 μ m であるが、分散液や樹脂中に混入する 場合、カーボンブラックの分散時に凝集を発生すること がある。本発明では、半導電性ベルトとしてポリイミド 樹脂中に分散されているカーボンブラックの粒子径が 0.5 μ m 以上であると、半導電性ベルトの製造工程中 に表面層に存在する粒子径の大きなカーボンブラックが ベルト表面の突起となり、表面精度の悪化や抵抗の不均 一化、さらには半導電性ベルトの電気的負荷による抵抗 の低下を引き起こす原因となることがある。

【0029】カーボンブラックとしては、チャンネルブラックまたはファーネスブラックが好ましい。ファーネスブラックについては、酸化処理を施したものを用いると、溶媒への分散性が向上されるため、適宜酸化処理を行ったものが好ましい。さらに、酸化処理を施したファーネスブラックは、処理によってその表面に酸素を含有した官能基(カルボキシル基、ケトン基、ラクトン基、水酸基等)が付与されるため、極性溶媒との親和性がよく、かつ電気的負荷等によりカーボンブラック表面が酸化劣化を受け難くなる。そのようなカーボンブラックを半導電性ベルトに使用すると、導電経路の形成が起き難くなって、抵抗低下を防ぐことができる。

【0030】本発明に用いられるチャンネルブラックと しては、デグサ社製カラーブラックFW200、カラー ブラックFW2、カラーブラック2V、カラーブラック FW1、カラーブラックFW18、スペシャルブラック 6、カラーブラックS170、カラーブラックS16 0、スペシャルブラック5、スペシャルブラック4、ス ペシャルブラック4A、プリンテックス150T、プリ ンテックスU、プリンテックスV、プリンテックス14 OU、プリンテックス140V等が挙げられ、酸化処理 したファーネスブラックとしては、デグサ社製スペシャ ルブラック550、スペシャルブラック350、スペシ ャルブラック250、スペシャルブラック100、三菱 化学社製MA100、MA100R、MA100S、M A11、MA230、MA220、MA7、MA8、M A77、キャボット社製MONARCH1000、MO NARCH1400, MONARCH1300, MOG UL-L、REGAL400R等が挙げられる。

【0031】本発明では、上記カーボンブラックをポリ イミド系樹脂中に分散して半導電性ベルトを作製する。 ポリイミド系樹脂の原材料としては、テトラカルボン酸 二無水物またはその誘導体とジアミンとを溶媒中で重合 反応させてなるポリアミド酸溶液を用いることができ る。前記ポリアミド酸は、テトラカルボン酸二無水物ま たはその誘導体とジアミンとの略等モルを有機溶媒中で 反応させることにより、通常溶液状で得られる. 【0032】好適なテトラカルボン酸二無水物またはそ の誘導体の例として、ピロメリット酸二無水物、3, 3',4,4'-ベンゾフェノンテトラカルボン酸二無 水物、3,3',4,4'-ビフェニルテトラカルボン 酸二無水物、2,3,3',4-ピフェニルテトラカル ボン酸二無水物、2,3,6,7ーナフタレンテトラカ ルボン酸二無水物、1,2,5,6-ナフタレンテトラ カルボン酸二無水物、1,4,5,8-ナフタレンテト ラカルボン酸二無水物、2,2'ービス(3,4-ジカ ルボキシフェニル)スルホン酸二無水物、ペリレンー 3,4,9,10-テトラカルボン酸二無水物、ビス (3.4-ジカルボキシフェニル) エーテル二無水物、 エチレンテトラカルボン酸二無水物等が挙げられる。 【0033】一方、ジアミンの例として、4,4'ージ アミノジフェニルエーテル、4,4'ージアミノジフェ ニルメタン、3,3'ージアミノジフェニルメタン、 3, 3'ージクロロベンジジン、4, 4'ージアミノジ フェニルスルフィド、3、3'ージアミノジフェニルス ルフォン、1,5-ジアミノナフタレン、m-フェニレ ンジアミン、pーフェニレンジアミン、3,3'ージメ チルー4,4'ービフェニルジアミン、ベンジジン、 3,3'ージメチルベンジジン、3,3'ージメトキシ ベンジジン、4,4'ージアミノジフェニルスルフォ ン、4,4'ージアミノジフェニルプロパン、2,4-ビス (β-アミノーt-ブチル)トルエン、ビス (pβ-アミノ-t-ブチルフェニル) エーテル、ビス (p  $-\beta$ -メチル- $\delta$ -アミノフェニル) ベンゼン、ビスー p-(1,1-ジメチル-5-アミノ-ベンチル)ベン ゼン、1-イソプロピルー2,4-m-フェニレンジア ミン、m-キシリレンジアミン、p-キシリレンジアミ ン、ジ (p-アミノシクロヘキシル) メタン、ヘキサメ チレンジアミン、ヘプタメチレンジアミン、オクタメチ レンジアミン、ノナメチレンジアミン、デカメチレンジ アミン、ジアミノプロピルテトラメチレン、3ーメチル ヘプタメチレンジアミン、4,4ージメチルヘプタメチ レンジアミン、2,11-ジアミノドデカン、1,2-ビス-3-アミノプロポキシエタン、2,2-ジメチル プロピレンジアミン、3-メトキシヘキサメチレンジア ミン、2,5-ジメチルヘプタメチレンジアミン、3-メチルヘプタメチレンジアミン、5-メチルノナメチレ ンジアミン、2,17-ジアミノエイコサデカン、1, 4-ジアミノシクロヘキサン、1,10-ジアミノー

1, 10-ジメチルデカン、1, 12-ジアミノオクタデカン、2, 2-ビス〔4-(4-アミノフェノキシ)フェニル〕プロパン、ピペラジン、H<sub>2</sub> N(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub> O(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> O(CH<sub>2</sub>) NH<sub>2</sub>、H<sub>2</sub> N(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub> S(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub> NH<sub>2</sub>、H<sub>2</sub> N(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub> N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub> NH<sub>2</sub> 等が挙げられる。

【0034】テトラカルボン酸二無水物とジアミンを重合反応させる際の溶媒としては、溶解性等の点より極性溶媒が好適に挙げられる。極性溶媒としては、N,Nージアルキルアミド類が好ましく、具体的には、例えば、これの低分子量のものであるN,Nージメチルホルムアミド、N,Nージメチルアセトアミド、N,Nージエチルホルムアミド、N,Nージエチルアセトアミド、N,Nージメチルスルホキシド、ヘキサメチルホスホルトリアミド、Nーメチルー2ーピロリドン、ピリジン、テトラメチレンスルホン、ジメチルテトラメチレンスルホン等が挙げられる。これらは単数または複数併用することができる。

【0035】以下、本発明における半導電性ベルトの製造方法は、(a)カーボンブラックを均一に分散したボリアミド酸溶液を製造する工程、(b)円筒状金型内面に前記ポリアミド酸溶液を供給した後、その軸方向に回転して膜を成形する工程、(c)成形後の金型を加熱し、溶媒を除去して、それ自身支持できるまで硬化させた膜を剥離する工程、(d)前記剥離した膜を金属製シリンダの外面に差し替え、シリンダごと加熱し、イミド転化させる工程を経る。以下、詳細に説明する。

【0036】(a) カーボンブラックを均一に分散し たポリアミド酸溶液を得るには、予め上記極性溶媒中に 上記カーボンブラックを分散させた後、酸無水物成分と ジアミン成分を混合後、重合反応させてポリアミド酸溶 液を得る方法や、上記極性溶媒中に酸無水物成分とジア ミン成分を混合し、重合反応させてポリアミド酸溶液を 得た後、上記カーボンブラックまたはカーボンブラック を分散した分散液を混合する方法等が挙げられる。カー ボンブラックを極性溶媒に分散する方法としては、ボー ルミルやバスケットミル等の各種分散装置を用いる方法 や超音波で分散する方法が挙げられる。カーボンブラッ クをポリアミド酸溶液に混合・分散する方法としては、 プラネタリーミキサー、ビーズミル、三本ロールミル等 で混合・分散する方法が挙げられる。この際、カーボン ブラックと溶媒との親和性を高め、カーボンブラックを より均一に分散させるために、高分子分散剤を使用して もよく、具体例として、ポリ(N-ビニル-2-ピロリ ドン)、ポリ(N, N'ージエチルアクリルアジド)、 ポリ (N-ビニルホルムアミド)、ポリ (N-ビニルア セトアミド)、ポリ(N-ビニルフタルアミド)、ポリ (N-ビニルコハク酸アミド)、ポリ(N-ビニル尿 素)、ポリ(N-ビニルピペリドン)、ポリ(N-ビニ ルカプロラクタム)、ポリ(N-ビニルオキサゾリド

ン)等が挙げられる。またこの時、本発明の目的を損な わない程度に、シリコーン系またはフッ素系有機化合 物、カップリング剤、滑剤、酸化防止剤、その他の添加 剤を含有してもよく、他のポリマー成分が共重合された り、ブレンドされたりしたものであってもよい。

【0037】カーボンブラックが均一に分散されているかどうかの確認は、透過型顕微鏡等により目視にて確認する等の手法で行う。

【0038】カーボンブラックの含有量は、前記したように、ポリイミド系樹脂の固形分に対して5~30重量%、より好ましくは10~30重量%となるようにする

【0039】カーボンブラックを分散したポリアミド酸溶液の粘度としては、0.01~1000Pa・s、より好ましくは0.1~500Pa・sである。0.01Pa・s未満であると、厚膜化が困難で数回供給成形する必要が生じるため、工程が増えて製造コストが上がるばかりでなく、厚み精度等が低下する傾向がある。1000Pa・sを越えると、ポリアミド酸溶液の取り扱い性が悪く、下記ポリアミド酸の供給や成形に支障をきたす恐れがある。

【0040】(b) このようにして得られたカーボンブラック分散ポリアミド酸溶液を、円筒状金型の内面に供給する。このとき用いられる円筒状金型の内周面の表面粗さRaは、1.0μm以下であり、0.8μm以下であるとさらに好ましい。供給方法としては、ダイスによる方法、ディスペンサーによる方法、スプレー状にして供給する方法が考えられ、ポリアミド酸溶液の粘度等の性状により選択することができる。

【0041】供給されたポリアミド酸溶液を均一な膜とするために、円筒状金型を軸方向に回転して成形する。 このとき、溶媒の除去、粘度の低下等を目的として、円 筒状金型および膜を加熱しながら成形してもよい。

【0042】(c) 続いて、成形後の円筒状金型を加熱して、溶媒を除去し、それ自身ポリアミド酸のベルト状部材として支持できるまで硬化させた後、前記金型から剥離する。この際の加熱条件は、本発明の範囲内で、ベルト状部材として速やかに加熱・硬化することができれば特に制限されないが、加熱温度は100~250℃であり、加熱時間は0.2~5時間程度が好ましい。本発明においては、このときの溶媒残存率は、低い方が好ましく、ポリアミド酸溶液の溶媒重量に対し50重量%以下であると好ましい。

【0043】前記金型から剥離するためには、公知の方法を使用することができ、例えば金型端部の周壁に予め設けられた微小貫通孔に空気を圧送する方法等が挙げられる。金型から剥離しやすいように、予め円筒状金型内面にシリコーン樹脂等からなる離型材層を形成していてもよい。

【0044】本発明に用いられるポリイミド系樹脂の場

合、イミド化後まで金型内面に保持させようとした場合、円筒形状の保持性は良好となるが、膜の金型内面からの脱型が困難となることがある。この金型よりカッター刃のエッジ等で一部を剥離して樹脂を剥がす手法が考えられるが、金型内面に傷がつく等の問題がある。一方、金型内面に前記のような離型材層を形成し、脱型しやすくしてイミド化まで行う方法も考えられるが、溶媒除去とイミド化に伴う膜の収縮のため、金型からの全体または部分的な剥離によりベルト円筒体として良好な形状を保つことが困難となることがある。したがって、本発明では、イミド転化完結前に金型から剥離する工程を経て、下記工程を採用する。

【0045】(d) 続いて、上記剥離したベルト状部 材を金属製シリンダの外面に差し替え、このシリンダご と加熱して、イミド転化させた後、室温まで冷却する。 金属製シリンダの材質としては、半導電性ベルトの形状 を最終的に決定するため、ベルト材質の熱膨張係数より も大きいことが必要であり、その具体例として、銅、ア ルミニウム、ステンレス等が挙げられる。金属製シリン ダの外面の表面粗さRaは0.2~3.0 μm、より好 ましくは0.2~2.5µmである。表面粗さが0.2 μπ未満であると、残存溶媒やイミド転化の際の閉環の 際に生じる閉環水が、ベルト内面と金属製シリンダの間 に閉じ込められ、ベルト内周面の表面性が不均一となる だけでなく、膨れ等の原因となることがある。また、表 面粗さが3.0μmを越えると、上記蒸発溶媒の発散は 好ましく行われるが、シリンダ表面の粗さが半導電性べ ルトの内面および外面に転写される傾向がある。この際 の加熱条件は、速やかにイミド転化することができれば 特に制限されないが、加熱温度は円筒状金型の加熱温度 以上450℃以下、加熱時間は0.5~5時間程度であ る。

【0046】以上のようにして得られたベルトを、シリンダより取り出す。通常、室温まで冷却してシリンダが熱収縮した後に取り出せばよい。

【 0 0 4 7 】 本発明の製造方法によると、ベルト外表面は金型内周面から転写された精度を有し、ベルト内表面が加熱工程において一度差し替えたシリンダと接触することにより、ベルトの円筒形状の保持性も良好である半導電性ベルトを得ることができる。

【0048】本発明の半導電性ベルトは、クリーニング ブレードのめくれの発生を抑制するだけでなく、カーボ ンの凝集による突起がなく、表面抵抗の変動も最小限に 押えられる。

#### [0049]

【実施例】以下、本発明の構成と効果を具体的に示す実 施例等について説明する。

【0050】 [実施例1] Nーメチルー2ーピロリドン (以下、NMP) 726g中に乾燥したPRINTEX V(デグサ社製、平均粒子径25nm、未酸化処理チ

ャンネルブラック)を35g(ポリイミド系樹脂の固形 分に対し、24重量%)入れ、ボールミルにより8時間 室温で混合した。このカーボンブラック分散NMP液 に、3,3',4,4'-ビフェニルテトラカルボン酸 二無水物118gとp-フェニレンジアミン43gを溶 解し、窒素雰囲気下において、室温で6時間攪拌しなが ら重合反応させ、カーボンブラック入りポリアミド酸溶 液(固形分20重量%、粘度200Pa・s)を得た。 【0051】このポリアミド酸溶液を、内表面の表面粗 さRaが0.2μmに鏡面仕上げされた内径300m m、長さ500mmの円筒状金型の内面に、ディスペン サーを介して400μmの厚さに塗布し、1800rp mで15分間回転させて均一な膜厚を有する被膜層とし た後、250rpmで回転させながら、金型の外側より 60℃の熱風を30分間あて、150℃で60分間加熱 した後、室温まで冷却した。前記金型内面より、自己支 持できるまで硬化したポリアミド酸ベルトを該ベルト端 部に空気を圧送することによって剥離し、表面粗さRa が1.8μmの金属製シリンダの外面に差し替えた後、 3℃/分の昇温速度で360℃まで昇温後、360℃で 30分間保持し、脱水閉環水の除去およびイミド転化の 完結反応を行った。その後室温まで冷却し、目的とする 厚さ76μmの半導電性ベルトを得た。

【0052】 [実施例2] 実施例1におけるPRINT EX Vの代わりに、SPECIAL BLACK 2 50 (デグサ社製、平均粒子径56nm、酸化処理ファーネスブラック)を使用した以外は、同様にして厚さ7  $^{\circ}$ 5 $\mu$ mの半導電性ベルトを作製した。

【0053】 [比較例1] 実施例1におけるPRINT EX Vの代わりに、PRINTEX 55 (デグサ社製、平均粒子径25nm、未酸化処理ファーネスブラック)を使用した以外は、同様にして厚さ76 $\mu$ mの半導電性ベルトを作製した。

【0054】 [比較例2] 実施例1における円筒状金型内面の表面粗さRae2.  $5\mu$ mとした以外は、同様にして厚さ $74\mu$ mの半導電性ベルトを作製した。

【0055】 [比較例3] 実施例1における金属製シリンダ表面の表面粗さRaを3.2 $\mu$ mとした以外は、同様にして77 $\mu$ mの半導電性ベルトを作製した。

【0056】 [比較例4] 実施例1における金属製シリンダ表面を鏡面仕上げとし、表面粗さRaを0.1μmとした以外は、同様にして76μmの半導電性ベルトを作製した。この半導電性ベルトの内周面には、脱水閉環水等の蒸発によると思われる跡が残っていた。

【0057】(評価方法)

# 1. 表面粗さ(Ra)

JIS B 0601に準じ、ベルトの任意の8点よりサンプルを採取し、その周方向に関して、表面粗さ計(サーフコム554A(東京精密社製))にてカットオフ0.32mm、測定長さ2.5mm、駆動速度0.1

2mm/sec、触針荷重70mgにて測定を行い、平均値を求めた。

【0058】円筒状金型の内面および金属製シリンダ表面の表面粗さ(Ra)は、カットオフ4mm、測定長さ20mm、駆動速度1.5mm/sec、触針荷重70mgにて測定を行い、平均値を求めた。

# 【0059】2.表面動摩擦係数

ベルトの任意の8点よりサンプリングし、各々ベルトの周方向について、往復動摩擦試験機(オリエンテック社製AFT-15B)にて、 $\phi$ 10mmの鋼球を用い、試験荷重200g、試験速度150mm/min.の条件下での動摩擦係数を測定し、平均値を求めた。

【0060】3.カーボンブラック凝集粒子径 得られたベルトをミクロトームで切断し、この断面をS EM(走査型顕微鏡)にて観察し、0.5μm以上の凝 集粒子径を含まないものを○、含むものを×とした。

【0061】4. 表面抵抗率とそのバラツキ ハイレスタIP、MCP-HT260(三菱油化社製、 プローブ: HR-100)にて印加電圧100V、1分 後、測定条件25℃、60%RHでの表面抵抗率を測定した。測定は、ベルト外周面に関して12点測定し、この平均値をベルトの表面抵抗率とし、最大値と最小値の差をそのバラツキとした。

#### 【0062】5. 画像・ベルト駆動性

得られた半導電性ベルトをタンデム式中間転写ベルトとして、実際の複写機に組み込み、普通紙による5000枚の画像形成テストを行った。画像およびベルト駆動性の良好なものは○、若干の画像欠損または駆動性不具合のあるものは△、画像欠陥が目視で認識できるものあるいは駆動不具合のあるものは×とした。

## 【0063】6. クリーニング性

上記、5の画像形成テストを通じて、良好なクリーニング性を示したものを○、トナー残存が見られたものを △、クリーニングブレードのめくれが発生したものを×とした。

【0064】 【表1】

項目[単位]	実施例1	実施例2	比較例1	比較例 2	比較例3	比較例 4
表面粗さRe[μm]	0.12	0.15	0. 13	0.56	0.64	0. 23
表面動摩擦係数[-]	0. 21	0. 25	0. 35	0. 18	0. 27	0.85
カーボンブラック凝集粒子径	0	0	×	0	0	0
表面抵抗率[log Ω/□]	11.57	11.59	10. 92	11.42	11.48	11.31
表面抵抗率パラツキ[logΩ/ロ]	0.14	0. 21	1.21	0. 23	0. 19	0.34
画像・ベルト駆動性	0	0	×	×	Δ	Δ
クリーニング性	0	0	Δ	Δ	Δ	×

表1より、実施例品の半導電性ベルトは、表面粗さRaや表面動摩擦係数が小さく、表面抵抗率のバラツキも少なかった。このような半導電性ベルトを複写機に用いると、クリーニングブレードのめくれを防ぎながら、良好なクリーニング性が得られ、被転写体やトナー像の搬送

を精度よく行うことができ、高品位の画像形成を行うことができる。一方、比較例品の半導電性ベルトは、画像形成およびベルト駆動性に問題を生じ、クリーニング性にも劣るものであった。

## フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7	識別記号	FΙ	テーマコード(参考)
COSK 3/04		C O 8 K 3/04	4F2O5
CO8L 79/08		COSL 79/08	Z 4J002
G O 3 G 15/20	102	G 0 3 G 15/20	102
15/24		15/24	
// B29K 79:00		B29K 79:00	
103:04		103:04	
B 2 9 L 29:00		B 2 9 L 29:00	

# !(8) 002-287528 (P2002-28JL8

(72)発明者 岩元 登志明

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東電工株式会社内

Fターム(参考) 2H033 AA23 BA12 BB01 BE09

2H078 AA21 BB01 BB12 CC06 DD51

DD57 FF04 FF09

2H200 FA02 GB22 GB40 JA07 JA08

JB06 JB45 JB46 JB47 JC03

JC15 JC16 JC17 MAO4 MA14

MB02 MB05 MC06

4F071 AA60 AB03 AF27Y AF28Y

AF37Y AH19 BA02 BB02

BC01 BC08 BC16 BC17

4F202 AA40 AB18 AG16 CA04 CB01

CL04 CN01 CN05

4F205 AA40 AB18 AG16 GA02 GA06

GB01 GC04 GE16 GE22 GE24

GF22 GF24 GN01 GN13 GN21

GW06 GW15 GW23

4J002 CM041 DA036 FD116 GM01